

POLYURETHANE SEALING MATERIAL**Publication number:** JP2001031947**Publication date:** 2001-02-06**Inventor:** KAWASHIMA KOICHIRO; SATO SHINICHI**Applicant:** KONISHI CO LTD**Classification:****- international:** C09K3/10; C08G18/10; C08G18/38; C09K3/10;
C08G18/00; (IPC1-7): C09K3/10; C08G18/10;
C08G18/38**- European:****Application number:** JP19990208165 19990722**Priority number(s):** JP19990208165 19990722**Report a data error here****Abstract of JP2001031947**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a one-solution-moisture-curing type of a polyurethane sealing material having excellent workability, a good internal curing property and a material property.

SOLUTION: A polyurethane sealing material contains a synthetic material wherein a silicon compound (A) having a secondary amino group or a hydroxy group of less than two is synthesized by reacting an alkoxysilane having a primary amino group, a secondary amino group, a methacryloyl group, an epoxy group or a mercapto group and having two alkoxy groups with methacrylate or the like, and an urethane prepolymer (B) is synthesized by reacting a polyol with a polyisocyanate compound, obtaining by further reacting A with B in a ratio of less than 0.5 equivalent to an NCO group of B.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-31947
(P2001-31947A)

(43) 公開日 平成13年2月6日 (2001.2.6)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 9 K 3/10		C 0 9 K 3/10	D 4 H 0 1 7 L 4 J 0 3 4
C 0 8 G 18/10 18/38		C 0 8 G 18/10 18/38	Z

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平11-208165

(22) 出願日 平成11年7月22日 (1999.7.22)

(71) 出願人 000105648
コニシ株式会社 *
大阪府大阪市中央区道修町1丁目6番10号
(72) 発明者 川島 康一郎
埼玉県浦和市西堀5-3-35 コニシ株式
会社浦和研究所内
(72) 発明者 佐藤 慎一
埼玉県浦和市西堀5-3-35 コニシ株式
会社浦和研究所内
(74) 代理人 100083806
弁理士 三好 秀和 (外8名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリウレタン系シーリング材

(57) 【要約】

【課題】 優れた作業性を持ち、良好な内部硬化性と物性を持つ一液湿気硬化型ポリウレタン系シーリング材を提供する。

【解決手段】 一級アミノ基、二級アミノ基、(メタ)アクリロイル基、エポキシ基又はメルカプト基を有し、2個のアルコキシ基を持つアルコキシシランと、(メタ)アクリレート等とを反応させて、2個未満の二級アミノ基又はヒドロキシ基を有する珪素化合物(A)を合成し、ポリオールとポリイソシアネート化合物を反応してウレタンプレポリマー(B)を合成し、更にBのNC O基に対しAが0.5当量未満となる割合でAとBを反応させて得た合成物を含有する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (1) その基中に一級アミノ基、二級アミノ基、(メタ)アクリロイル基、エポキシ基又はメルカプト基を有する有機基(I)を有し、2個のアルコキシ基が直接珪素原子に結合した化合物(化合物(a))と、有機基(I)と反応して二級アミノ基又はヒドロキシ基を有する化合物を生成し得る有機化合物(化合物(b))とを反応させて、その1分子内に2個未満の二級アミノ基又はヒドロキシ基を有し、2個のアルコキシ基が直接珪素原子に結合した化合物(合成物A)を合成する工程、

(2) ポリオール化合物(化合物(c))とポリイソシアネート化合物(化合物(d))とを反応させて、その末端にイソシアネート基を含有するウレタンプレポリマー(合成物B)を合成する工程並びに

(3) 上記合成物Bのフリーのイソシアネート基に対して上記合成物Aが0.5当量未満となる割合で、上記合成物Aと上記合成物Bを反応させる工程により製造された化合物を含有することを特徴とするポリウレタン系シーリング材。

【請求項2】 上記化合物(a)は上記有機基(I)が1個の一級アミノ基を有する基である化合物(化合物(a-1))であり、上記化合物(b)は(メタ)アクリレート(化合物(e))である請求項1記載のポリウレタン系シーリング材。

【請求項3】 上記化合物(a)は上記有機基(I)が2個以上の一級若しくは二級アミノ基及び/又は1個以上の一級及び二級アミノ基を有する基である化合物(化合物(a-2))であり、上記化合物(b)は上記化合物(e)である請求項1記載のポリウレタン系シーリング材。

【請求項4】 上記化合物(a)は上記有機基(I)が(メタ)アクリロイル基を有する基である化合物(化合物(a-3))であり、上記化合物(b)はモノ一級アミン化合物(化合物(f))である請求項1記載のポリウレタン系シーリング材。

【請求項5】 上記珪素化合物(a)は上記有機基(I)がエポキシ基を有する基である化合物(化合物(a-4))であり、上記化合物(b)はモノ二級アミン化合物又はモノメルカプタン化合物(化合物(g))である請求項1記載のポリウレタン系シーリング材。

【請求項6】 上記化合物(a)は上記有機基(I)がメルカプト基を有する基である化合物(化合物(a-5))であり、上記化合物(b)は1個以上のエポキシ基を有する化合物(化合物(h))である請求項1記載のポリウレタン系シーリング材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリウレタン系シーリング材に関し、より詳細には、優れた作業性を有

し、良好な内部硬化性と物性を持つ一液湿気硬化型ポリウレタン系シーリング材に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、ウレタンプレポリマー中のイソシアネート基の一部を種々の有機官能基含有珪素化合物で末端封鎖して、得られるポリウレタンの性質を改良することが行われている。しかし、一級アミノ基含有アミノシランで末端封鎖すると、得られるポリウレタンは粘度が著しく増大したり、ゲル化して作業性が低下する。その理由は、一級アミノ基にイソシアネート基との反応点が2個存在することに起因して、上記現象を引き起こすことによる。

【0003】この欠点を解消する方法として、一級アミノ基を含有するアルコキシシランとアクリレートを反応させ、二級アミノシランにすることにより、ウレタンプレポリマーの一部末端を封鎖する試みが、米国特許第4,067,844号明細書に記載されている。しかし、この試みにおいては、実際使用されているアルコキシシランは3官能のものに限られており、得られるポリウレタンの硬化物は堅くなり過ぎ、シーリング材には適さない。

【0004】一方、本発明者らは、アルコキシシリル基近傍に極性の高いアミノ基構造、ユリア構造、ウレタン構造を有する新しいアルコキシシリル基を有するポリマーを提案している(特願平9-160779号)。このポリマーは、ゲル化も無く、粘度も殆ど増大しなくて貯蔵安定性は良好であるが、シーリング材としての物性は十分とは言えない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来技術の問題を解決するためになされたものであり、優れた作業性を持ち、良好な内部硬化性と物性を持つ一液湿気硬化型ポリウレタン系シーリング材用樹脂を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、上記本発明者らの提案において、2官能のアルコキシシランを含有する各種変性シランカップリング剤によりイソシアネート系樹脂の末端の一部を変性したイソシアネート基含有量が比較的低いウレタンプレポリマーを用いることにより、本発明の目的を達成し得ることを見出だして本発明に到達した。

【0007】すなわち、本発明は、(1)その基中に一級アミノ基、二級アミノ基、(メタ)アクリロイル基、エポキシ基又はメルカプト基を有する有機基(I)を有し、2個のアルコキシ基が直接珪素原子に結合した化合物(化合物(a))と、有機基(I)と反応して二級アミノ基又はヒドロキシ基を有する化合物を生成し得る有機化合物(化合物(b))とを反応させて、その1分子内

に2個未満の二級アミノ基又はヒドロキシ基を有し、2個のアルコキシ基が直接珪素原子に結合した化合物(合成物A)を合成する工程、(2)ポリオール化合物(化合物(c))とポリイソシアネート化合物(化合物(d))とを反応させて、その末端にイソシアネート基を含有するウレタンプレポリマー(合成物B)を合成する工程並びに(3)上記合成物Bのフリーのイソシアネート基に対して上記合成物Aが0.5当量未満となる割合で、上記合成物Aと上記合成物Bを反応させる工程により製造された化合物(合成物X)を含有することを特徴とするポリウレタン系シーリング材を要旨とする。

【0008】又、本発明のシーリング材は、上記化合物(a)は上記有機基(I)が1個の一級アミノ基を有する基である化合物(化合物(a-1))であり、上記化合物(b)は(メタ)アクリレート(化合物(e))であることを特徴とする。又、本発明のシーリング材(1)は、上記化合物(a)は上記有機基(I)が2個以上の一級若しくは二級アミノ基及び/又は1個以上の一級及び二級アミノ基を有する基である化合物(化合物(a-2))であり、上記化合物(b)は上記化合物(g)であることを特徴とする。又、本発明のシーリング材は、上記化合物(a)は上記有機基(I)が(メタ)アクリロイル基を有する基である化合物(化合物(a-3))であり、上記化合物(b)はモノ一級アミン化合物(化合物(f))であることを特徴とする。又、本発明のシーリング材は、上記珪素化合物(a)は上記有機基(I)がエポキシ基を有する基である化合物(化合物(a-4))であり、上記化合物(b)はモノ二級アミン化合物又はモノメルカプタン化合物(化合物(g))であることを特徴とする。又、本発明のシーリング材は、上記化合物(a)は上記有機基(I)がメルカプト基を有する基である化合物(化合物(a-5))であり、上記化合物(b)は1個以上のエポキシ基を有する化合物(化合物(h))であることを特徴とする。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明のシーリング材の主成分である上記合成物Xは、次の3工程を経て製造される。まず第1工程では、上記化合物(a)及び上記化合物(b)を、 $-20^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ 程度の温度で1~1000時間反応させて、その1分子中に2個未満、好ましくは0.1~1.5個の二級アミノ基($-\text{NH}-$)若しくはヒドロキシ基($-\text{OH}$)を有し、2個のアルコキシ基が直接珪素原子に結合した化合物(合成物A)を合成する。反応は、有機溶媒等の媒体の存在下行っても良く、1000時間を超えて行っても何ら問題はない。化合物(a)及び化合物(b)は、1種に限らず2種以上使用しても良い。化合物(a)及び化合物(b)の使用割合は、化合物(a)1モルに対して、通常化合物(b)は、化合物(a)中の有機基(I)の数を α とした場合、 $\alpha\times(0.2\sim 9)$ モル($\alpha\leq 1$)、 $(\alpha-1)\times$

(0.2~9)モル($\alpha>1$)程度であるが、後記第3工程での合成物Aと合成物Bの反応条件、発生する臭気等に応じて適宜調整される。また化合物(b)を過剰に使用して最終硬化物中に残留して、可塑剤として作用させても良いが、ブリードするほど多く用いることは好ましくない。

【0010】次に第2工程では、上記化合物(c)と上記化合物(d)を反応させて、その末端にイソシアネート基を含有するウレタンプレポリマー(合成物B)を合成する。化合物(c)と化合物(d)との反応は、ウレタンプレポリマーを合成する際に通常行われている方法に従えば良い。上記化合物(c)と上記化合物(d)の反応は、2種以上の化合物(c)と1種の化合物(d)、又は1種の化合物(c)と2種以上の化合物(d)を反応させるのが好ましい。

【0011】更に第3工程では、上記合成物Bのフリーのイソシアネート基に対して上記合成物Aが0.5当量未満、好ましくは0.05~0.5当量未満の範囲となる割合で、上記合成物Aと上記合成物Bを反応させて合成物Xを製造する。合成物Aと合成物Bとの反応は、触媒作用を有する化合物の存在下若しくは不存在下、好ましくは窒素ガス等の不活性ガスの雰囲気中、室温~110 $^{\circ}\text{C}$ の温度で、1~1000時間行うのが望ましい。

又、この反応は、有機溶媒等の媒体の存在下で行うことも可能である。

【0012】上記触媒作用を有する化合物としては、有機錫触媒、金属錯体、塩基性物質、有機燐酸化合物等が使用可能であり、それらを例示すると、有機錫触媒として、ジブチル錫ジラウレート、ジブチル錫ジアセテート、ジブチル錫オキサイド、オクチル酸第一錫、ジブチル錫フタレート、ジブチル錫メトキシド、ジオクチル錫ジマレート、ジブチル錫ジアセチルアセテート、ジブチル錫ジパーサテート等が、金属錯体として、テトラブチルチタネート、テトライソプロピルチタネート、トリエタノールアミンチタネート、テトラキス(2-エチルヘキシルオキシ)チタン、テトラステアリルオキシチタン、ジイソプロポキシ・ビス(アセチルアセトナト)チタン、ジ-n-ブトキシ・ビス(トリエタノールアミナト)チタン、チタニウム・イソプロポキシオクチレングリコレート等のチタネート化合物類、チタニウムステアレート等のカルボン酸チタン類、ナフテン酸鉛、ナフテン酸ニッケル、オクチル酸コバルト、オクチル酸鉛、ナフテン酸コバルト、パーサチック酸ビスマス、オクチル酸ビスマス等のカルボン酸金属塩、アルミニウムアセチルアセトナート錯体、バナジウムアセチルアセトナート錯体等金属アセチルアセトナート錯体等が、塩基性物質として、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン等のアミノシラン類、テトラメチルアンモニウムクロライド、ベンザルコニウムクロライド等の第4級アンモニウム塩類、三共エプロダクツ社製のDABCO(登録商標)

シリーズ、DABCO BLシリーズ等の複数の窒素を含む直鎖或いは環状の第三級及び第四級アンモニウム塩等が、有機リン酸化合物として、モノメチルリン酸、ジ-n-ブチルリン酸、リン酸トリフェニル等が挙げられる。

【0013】上記合成物Aは、上記の通り第1工程において上記化合物(a)と化合物(b)を反応することにより合成することができるが、より好ましい態様を下記【1】～【5】で詳細に説明する。

【0014】【1】上記化合物(a)として上記有機基(I)が1個の一級アミノ基を有する化合物(化合物(a-1))を、上記化合物(b)として上記化合物(e)をそれぞれ用い、化合物(a-1)1モルに対して化合物(e)が0.2～1.7モルの範囲となるようにして、両者を-20℃～120℃で0.5時間～1000時間程度求核付加反応を行う。両者の求核付加反応は、室温～120℃でよいが場合によっては冷却が必要である。

【0015】【2】上記化合物(a)として上記有機基(I)が2個以上の一級若しくは二級アミノ基、及び/又は1個以上の一級及び二級アミノ基を有する化合物(化合物(a-2))を、上記化合物(b)として上記化合物(e)をそれぞれ用い、化合物(a-2)1分子の活性水素の数を ξ とした場合、化合物(a-2)1モルに対して化合物(e)が $(\xi-1) \times (0.1 \sim 9)$ モルの範囲となるようにして、両者を-20℃～120℃で0.5～1000時間程度求核付加反応を行う。両者の求核付加反応は、室温～120℃でよいが場合によっては冷却が必要である。

【0016】【3】上記化合物(a)として上記有機基(I)が(メタ)アクリロイル基を有する化合物(化合物(a-3))を、上記化合物(b)として上記化合物(f)をそれぞれ用い、化合物(a-3)中のアクリロイル基の数を η とした場合、化合物(a-3)1モルに対して上記化合物(f)を $\eta \times (0.2 \sim 1.5)$ モルの範囲となるようにして、両者を-20℃～120℃で0.5～1000時間程度求核付加反応を行う。

【0017】【4】上記化合物(a)として上記有機基(I)がエポキシ基を有する化合物(化合物(a-4))を、上記化合物(b)として上記化合物(g)をそれぞれ用い、化合物(a-4)中の上記有機基(I)の総数を θ とした場合、化合物(a-4)1モルに対して、上記化合物(g)を $\theta \times (0.2 \sim 1.5)$ モルの範囲となるようにして、両者を-20℃～130℃で0.5～1000時間程度混合反応させる。

【0018】【5】上記珪素化合物(a)として上記有機基(I)がメルカプト基を有する化合物(化合物(a-5))を、上記化合物(b)として上記化合物(h)をそれぞれ用い、化合物(a-5)中の活性水素の数を ι とした場合、化合物(a-5)1モルに対して化合物(h)を $\iota \times (0.2 \sim 1.5)$ モルの範囲となるよう

にして、-20℃～130℃で0.5～1000時間程度混合反応させる。

【0019】又、本発明のシーリング材の主成分である上記合成物Aは、上記合成物Bと反応させる前に、必要に応じて上記化合物(d)と反応させてイソシアネート基含有珪素化合物(合成物C)としても良い。上記合成物Aと上記化合物(d)とは、0～150℃で0.5～1,000時間、窒素気流中、両者を任意の割合で反応させる。

【0020】上記合成物Xを調製する際に用いられる各化合物について、以下詳細に説明する。化合物(a)としては、 γ -アミノプロピル-メチルジエトキシシラン、 γ -アミノプロピル-メチルジメトキシシラン等の1個の一級アミノ基を有する化合物(a-1)、N- β (アミノエチル)- γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン等の一級アミノ基及び二級アミノ基を有する化合物(a-2)、 γ -(メタ)アクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン等の(メタ)アクリロイル基を有する化合物(a-3)、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン等のエポキシ基を有する化合物(a-4)、 γ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチルジエトキシシラン等のメルカプト基を有する化合物(a-5)等が挙げられる。

【0021】上記化合物(b)としては、(メタ)アクリレート(化合物(e))、モノ一級アミン化合物(化合物(f))、モノ二級アミン化合物若しくはモノメルカプタン化合物(化合物(g))及び1個以上のエポキシ基を有する化合物(化合物(h))が挙げられる。

【0022】具体的には、化合物(e)として、(メタ)メチルアクリレート、エチル(メタ)アクリレート、n-ブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、2-メトキシエチル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、ジシクロペンタジエニル(メタ)アクリレート、2-エトキシエチル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、n-ステアリル(メタ)アクリレート、ドデシル(メタ)アクリレート、2-シアノアクリル酸メチル、2-シアノアクリル酸エチル等の(メタ)アクリル酸エステル、東亜合成社製アロニックスの単官能特殊アクリレート(商品名:M-101、M-102、M-110、M-111、M-113、M-117、M-120、M-156、M-5300、M-5400、M-5600、M-5700)、ダイセル化学工業社製の商品名:ブラクセルFA-1等、 γ -アクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン等のアクリロキシシラン化合物等が挙げら

れる。

【0023】化合物(f)として、エチルアミン、アリルアミン、イソプロピルアミン、2-エチルヘキシルアミン、2-エチルヘキシルオキシプロピルアミン、3-エトキシプロピルアミン、3-ジエチルアミノプロピルアミン、ジブチルアミノプロピルアミン、t-ブチルアミン、sec-ブチルアミン、プロピルアミン、ジメチルアミノプロピルアミン、3-メトキシプロピルアミン、ステアシルアミン、2-フェニルエチルアミン等が挙げられる。

【0024】化合物(g)として、ジイソプロピルアミン、ジエチルアミン、ジブチルアミン、ジイソブチルアミン、ジ-2-エチルヘキシルアミン、2-ピロリドン、各種イミダゾール化合物、ピロリジン、ピペリジン、1-ベンジルピペラジン等のモノ二級アミン化合物、エチルメルカプタン、プロピルメルカプタン、ブチルメルカプタン、n-オクチルメルカプタン、n-ドデシルメルカプタン、t-ドデシルメルカプタン、ヘキサデシルメルカプタン、n-オクタデシルメルカプタン等のモノメルカプタン化合物等が挙げられる。

【0025】化合物(h)として、クレジルグリシジルエーテル、p-tertブチルフェニルグリシジルエーテル、エチルヘキシルグリシジルエーテル、長鎖脂肪族グリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、ブチルグリシジルエーテル、クレゾールグリシジルエーテルその他各種アルキルグリシジルエーテル、アルキルフェノールグリシジルエーテル等が挙げられる。

【0026】ポリオール化合物(c)としては、ポリエーテルポリオール及びポリエステルポリオールが挙げられる。ポリエーテルポリオールとしては、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、ビスフェノールA等のジオール類、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、グリセリン等のトリオール類、ソルビトール等、更にアンモニア、エチレンジアミン、尿素、モノメチルジエタノールアミン、モノエチルジエタノールアミン等のアミン類の1種又は2種以上の存在下、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、ブチレンオキシド、スチレンオキシド等を開環重合して得られるランダム又はブロック共重合体、その他エチレン・ α オレフィン骨格を有するポリオレフィン骨格のポリオール、アクリル骨格のポリオール等、及びこれらの混合物等が挙げられる。これらのものの他、弗素原子、珪素原子、窒素原子、硫黄原子等を含有するポリオール化合物も含まれる。

【0027】ポリエステルポリオールとしては、例えばマレイン酸、フマル酸、アジピン酸、セバシン酸、フタ

ル酸等のジカルボン酸単独若しくは混合物と上記ジオール類単独若しくは混合物を重合して得られる重合体、 ϵ -カプロラクトン、バレロラクトン等の開環重合体等、ヒマシ油等の活性水素を2個以上有する活性水素化合物等が挙げられ、通常分子量が50~25,000のものが使用され、それらは使用目的や性能によって使い分ければ良い。

【0028】ポリイソシアネート化合物(化合物(d))としては、ジイソシアネート化合物、ジイソシアネート化合物を除くポリイソシアネート化合物が挙げられる。ジイソシアネート化合物としては、例えば脂肪族、脂環式、芳香脂肪族、芳香族ジイソシアネート化合物等が挙げられる。以下、それらの具体例を挙げる。

【0029】脂肪族ジイソシアネート化合物：トリメチレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、ペンタメチレンジイソシアネート、1,2-プロピレンジイソシアネート、1,2-ブチレンジイソシアネート、2,3-ブチレンジイソシアネート、1,3-ブチレンジイソシアネート、2,4,4-又は2,2,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、2,6-ジイソシアネートメチルカプロエート等。

脂環式ジイソシアネート化合物：1,3-シクロペンレンジイソシアネート、1,4-シクロヘキサレンジイソシアネート、1,3-シクロヘキサレンジイソシアネート、3-イソシアネートメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキシルイソシアネート、4,4'-メチレンビス(シクロヘキシルイソシアネート)、メチル-2,4-シクロヘキサレンジイソシアネート、メチル-2,6-シクロヘキサレンジイソシアネート、1,3-ビス(イソシアネートメチル)シクロヘキサン、1,4-ビス(イソシアネートメチル)シクロヘキサン、イソホロンジイソシアネート等。

芳香脂肪族ジイソシアネート化合物：1,3-若しくは1,4-キシリレンジイソシアネート又はそれらの混合物、 ω , ω' -ジイソシアネート-1,4-ジエチルベンゼン、1,3-若しくは1,4-ビス(1-イソシアネート-1-メチルエチル)ベンゼン又はそれらの混合物等。

芳香族ジイソシアネート化合物：m-フェニレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルジイソシアネート、1,5-ナフタレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、2,4-又は2,6-トリレンジイソシアネート、4,4'-トリレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルエーテルジイソシアネート等。

【0030】ジイソシアネート化合物を除くポリイソシアネート化合物としては、例えば脂肪族、脂環式、芳香脂肪族、芳香族ポリイソシアネート化合物等が挙げられる。

【0031】以下、それらの具体例を挙げる。

【0032】脂肪族ポリイソシアネート化合物：リジンエステルトリイソシアネート、1, 4, 8-トリイソシアネートオクタン、1, 6, 11-トリイソシアネートウンデカン、1, 8-ジイソシアネート-4-イソシアネートメチルオクタン、1, 3, 6-トリイソシアネートヘキサン、2, 5, 7-トリメチル-1, 8-ジイソシアネート-5-イソシアネートメチルオクタン等。

脂環式ポリイソシアネート化合物：1, 3, 5-トリイソシアネートシクロヘキサン、1, 3, 5-トリメチルイソシアネートシクロヘキサン、3-イソシアネートメチル-3, 5-トリメチルシクロヘキシルイソシアネート、2-(3-イソシアネートプロピル)-2, 5-ジ(イソシアネートメチル)-ビスシクロ[2, 2, 1]ヘプタン、2-(3-イソシアネートプロピル)-2, 6-ジ(イソシアネートメチル)-ビスシクロ[2, 2, 1]ヘプタン、3-(3-イソシアネートプロピル)-2, 5-ジ(イソシアネートメチル)-ビスシクロ[2, 2, 1]ヘプタン、5-(2-イソシアネートエチル)-2-イソシアネートメチル-3-(3-イソシアネートプロピル)-ビスシクロ[2, 2, 1]ヘプタン、6-(2-イソシアネートエチル)-2-イソシアネートメチル-3-(3-イソシアネートプロピル)-ビスシクロ[2, 2, 1]ヘプタン、5-(2-イソシアネートエチル)-2-イソシアネートメチル-2-(3-イソシアネートプロピル)-ビスシクロ[2, 2, 1]ヘプタン、6-(2-イソシアネートエチル)-2-イソシアネートメチル-2-(3-イソシアネートプロピル)-ビスシクロ[2, 2, 1]ヘプタン等。

芳香脂肪族ポリイソシアネート化合物：1, 3, 5-トリイソシアネートメチルベンゼン等。

芳香族ポリイソシアネート化合物：トリフェニルメタン-4, 4', 4"-トリイソシアネート、1, 3, 5-トリイソシアネートベンゼン、2, 4, 6-トリイソシアネートトルエン、4, 4'-ジフェニルメタン-2, 2', 5, 5'-テトライソシアネート等。

【0033】本発明のシーリング材は、上記のようにして調製された合成物Xを含有するものであるが、そのシーリング材は、必要に応じてウレタン系樹脂の硬化触媒を添加することができる。該硬化触媒としては、有機錫触媒、金属錯体、塩基性物質、有機燐化合物及び水（空気中の湿気）が使用できる。これら有機錫触媒、金属錯体、塩基性物質及び有機燐化合物は、合成物Xを製造する際の第3工程で用いられる触媒作用を有する化合物の中から選択される。該硬化触媒の配合割合は、合成物X 100重量部当り0.01~10重量部である。

【0034】更に、本発明のシーリング材は、埃等の汚染物の付着性を改善する目的で、空気酸化硬化型不飽和基含有化合物、例えば、1, 2-ポリブタジエン、1, 4-ポリブタジエン、C₃~C₆ジエンの重合体や共重

合体；桐油、あまに油等の乾性油や該化合物を変性して得られる各種アルキッド樹脂；該乾性油により変性されたアクリル系樹脂、エポキシ系樹脂、シリコン樹脂；該重合体や共重合体の各種変性物（マレイン化変性物、ボイル油変性物等）等を添加しても良い。これら化合物は1種でも良く、2種以上用いても良い。これら化合物は合成物X 100重量部に対し0.05~15重量部、好ましくは1~10重量部の範囲で用いられる。0.05重量部未満では埃等の汚染物の付着性の改善が十分ではなく、15重量部を超えるとシーリング材の硬化後の引張り特性等が損なわれる。

【0035】シーリング材は、更に、充填材、可塑剤、各種添加剤、溶剤、脱水剤等を必要に応じて添加することができる。上記充填剤としては、フェームドシリカ、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、クレー、タルク、シリカ、各種バルーン等が挙げられる。上記可塑剤としては、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート等のフタル酸エステル類、アジピン酸ジオクチル、セバチン酸ジブチル等の脂肪族カルボン酸エステル等を用いることができる。上記添加剤としては、老化防止剤、紫外線吸収剤、顔料、各種タッキファイアー、チタネートカップリング剤、アルミニウムカップリング剤等が挙げられる。

【0036】上記溶剤としては、合成物X等と相溶性がよく水分含有量が500ppm以下であればいずれを用いても良い。上記脱水剤としては、生石灰、オルト珪酸エステル、無水硫酸ナトリウム、ゼオライト、メチルシリケート、エチルシリケート、各種アルキルアルコキシシラン、各種ビニルアルコキシシラン等が挙げられる。

【0037】

【実施例】以下、本発明を、実施例により具体的に説明する。なお、実施例及び比較例におけるパーセント(%)及び部は重量基準である。又、実施例及び比較例で用いた各化合物は以下の通りである。

【0038】化合物(a)

KBM602(N-β(アミノエチル)γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン)

KBM902(γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン)

KBM5102(γ-アクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン)

KBM502(γ-メタクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン)

KBE402(γ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン)

KBM802(γ-メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン)(以上、信越化学工業社製)

化合物(b)

MA(メチルアクリレート)(化合物(e))

BA(n-ブチルアクリレート)(化合物(e))

2EHA(2-エチルヘキシルアクリレート)(化合物(e))(以上、東亜合成社製)

ポリオール化合物(化合物(c))

プレミノール4010(平均分子量10,000のポリオキシプロピレングリコール)

プレミノール3010(平均分子量10,000のポリオキシプロピレントリオール)(以上、旭硝子社製)

ポリイソシアネート化合物(化合物(d))

スミジュール44S(4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート)(住友バイエルウレタン社製)

LTI(リジンエステルトリイソシアネート)(協和発酵工業社製)

錫触媒

スタンBL(三共有機合成社製)

比較例で用いたアルコキシシラン

KBM603(N-β(アミノエチル)γ-アミノプロピルトリメトキシシラン)

KBM903(γ-アミノプロピルトリメトキシシラン)

KBM5103(γ-アクリロキシプロピルトリメトキシシラン)

KBM503(γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン)

KBE403(γ-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン)

KBM803(γ-メルカプトプロピルトリメトキシシラン)

KBE9007(γ-イソシアノプロピルトリエトキシシラン)(以上、信越化学工業社製)

その他

全て市販の試薬を用いた。

【0039】(実施例1~6)まず、下記に示す化合物(a)と化合物(e)を下記に示す割合(重量比。以下同じ。)で室温で混合後、3日間室温に放置し、A1、A2、A3、A4、A5、A6を調製する。

合成物A1 KBM602:MA=206:172

合成物A2 KBM902:MA=164:172

合成物A3 KBM602:BA=206:256

合成物A4 KBM902:BA=164:256

合成物A5 KBM602:2EHA=206:368

合成物A6 KBM902:2EHA=164:368

反応容器内にプレミノール4010を800g、プレミノール3010を200g、スミジュール44Sを110g、炭酸カルシウムを1,000g及びスタンBLを0.01g加え、窒素雰囲気下、攪拌しながら90℃で3時間反応させて、合成物B1を得る。合成物B1を50℃に冷却した後、合成物A1~A6を表1に示す割合(重量比。以下各表において同じ。)で投入し、窒素雰囲気下、90℃に昇温し、1時間反応させて合成物X1~X6を調製する。

【0040】得られた合成物X1~X6について、下記の試験を行い、それらの結果を表1に示した。

(貯蔵安定性試験)各合成物及び各合成物を200mlのガラス瓶に入れ、50℃にて1ヶ月間保存したものの粘度(mPa·s)を、BS型粘度計を用いて測定した。測定条件は10rpm、23℃である。

(各種物性試験)各合成物からJIS A1439に準拠してモルタル基板のH型試験体を作成した。このものを上記JIS規格に準拠した条件で養生し、M50(kg/cm²)、破断強度(kg/cm²)、破断伸び(%)を評価した。又、上記条件で養生した後、上記JIS規格に則り23℃の水中に7日間浸漬したもの、80℃で14日間加熱したもののものについて、上記と同様にしてそれぞれM50、破断強度及び破断伸びを評価した。

(硬化速度試験)各合成物を中空円筒状のポリエチレン製容器に入れ、4日経過後の標準状態における表面からの硬化した厚さを測定した。(単位:mm)

(比較例1~6)まず、下記に示すアルコキシシランと化合物(e)を下記に示す割合(重量比。以下同じ。)で室温で混合後、3日間室温に放置し、D1、D2、D3、D4、D5、D6を調製する。

合成物D1 KBM603:MA=222:172

合成物D2 KBM903:MA=179:172

合成物D3 KBM603:BA=222:256

合成物D4 KBM903:BA=179:256

合成物D5 KBM603:2EHA=222:368

合成物D6 KBM903:2EHA=179:368

合成物A1~A6の代りに、合成物D1~D6を表2に示す割合で用いた以外は、実施例1~6と同様にして合成物Z1~Z6を調製する。得られた合成物Z1~Z6について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表2に示した。

【0041】(実施例7~11)まず、下記に示す化合物(a)と化合物(b)を下記に示す割合で室温で混合後、3日間室温に放置し、A7、A8、A9、A10、A11を調製する。

合成物A7 KBM5102:エチルアミン=218:45

合成物A8 KBM502:エチルアミン=232:45

合成物A9 KBE402:ジブチルアミン=262:129

合成物A10 KBE402:エチルメルカプトタン=262:62

合成物A11 KBM802:ブチルグリシジルエーテル=180:130

合成物A1~A6の代りに、合成物A7~A11を表3に示す割合で用いた以外は、実施例1~6と同様にして合成物X7~X11を調製する。得られた合成物X7~

X11について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表3に示した。

【0042】(比較例7～11) まず、下記に示すアルコキシシランと化合物(b)を下記に示す割合(重量比。以下同じ。)で室温で混合後、3日間室温に放置し、D7、D8、D9、D10、D11を調製する。

合成物D7 KBM5103:エチルアミン=234:45

合成物D8 KBM503:エチルアミン=248:45

合成物D9 KBE403:ジブチルアミン=278:129

合成物D10 KBE403:エチルメルカプタン=278:62

合成物D11 KBM803:ブチルグリシジルエーテル=196:130

合成物A1～A6の代りに、合成物D7～D11を表4に示す割合で用いた以外は、実施例1～6と同様にして合成物Z7～Z11を調製する。得られた合成物Z7～Z11について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表4に示した。

【0043】(実施例12～17) 反応容器内にプレミノール4010を800g、プレミノール3010を200g、ヘキサメチレンジイソシアネートを72g、炭酸カルシウムを1,000g及びスタンBLを0.01g加え、窒素雰囲気下、攪拌しながら90℃で3時間反応させて、合成物B2を得る。合成物B2を50℃に冷却した後、合成物A1～A6を表5に示す割合で投入し、窒素雰囲気下、90℃に昇温し、1時間反応させて合成物X12～X17を調製する。得られた合成物X12～X17について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表5に示した。

【0044】(比較例12～17) 合成物A1～A6の代りに、合成物D1～D6を表6に示す割合で用いた以外は、実施例12～17と同様にして合成物Z12～Z17を調製する。得られた合成物Z12～Z17について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表6に示した。

【0045】(実施例18～22) 合成物A1～A6の代りに、合成物A7～A11を表7に示す割合で用いた以外は、実施例12～17と同様にして合成物X18～X22を調製する。得られた合成物X18～X22について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表7に示した。

【0046】(比較例18～22) 合成物A1～A6の代りに、合成物D7～D11を表8に示す割合で用いた以外は、実施例12～17と同様にして合成物Z18～Z22を調製する。得られた合成物Z18～Z22につ

いて、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表8に示した。

【0047】(実施例23) 反応容器内にプレミノール4010を1,000g、ヘキサメチレンジイソシアネートを51g、LTIを20g、炭酸カルシウムを1,000g及びスタンBLを0.01g加え、窒素雰囲気下、攪拌しながら90℃で3時間反応させて、合成物B3を得る。合成物B3を50℃に冷却した後、合成物A1を8g投入し、窒素雰囲気下、90℃に昇温し、1時間反応させて合成物X23を調製する。得られた合成物X23について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表9に示した。

【0048】(比較例23) 合成物A1の代りに、合成物D1を用いた以外は、実施例23と同様にして合成物Z23を調製する。得られた合成物Z23について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表9に示した。

【0049】(実施例24～26) まず、378gの合成物A1、462gの合成物A3又は574gの合成物A5と、250gのスミジュール44Sを室温で混合後、3日間放置して、合成物C1、C2、C3を調製する。合成物A1～A3の代りに、合成物C1～C3を表10に示す割合で用いた以外は、実施例1～6と同様にして合成物X24～X26を調製する。得られた合成物X24～X26について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表10に示した。

【0050】(実施例27～29) まず、378gの合成物A1、462gの合成物A3又は574gの合成物A5と、168gのヘキサメチレンジイソシアネートを室温で混合後、3日間放置して、合成物C4、C5、C6を調製する。合成物A1～A3の代りに、合成物C4～C6を表10に示す割合で用いた以外は、実施例12～17と同様にして合成物X27～X29を調製する。得られた合成物X27～X29について、実施例1～6と同様にして試験を行い、それらの結果を表10に示した。

【0051】(比較例24) 合成物A1の代りに、KBE9007を5g用いた以外は、実施例1と同様にして合成物Z24を調製する。得られた合成物Z24について、実施例1と同様にして試験を行い、それらの結果を表11に示した。

【0052】(比較例25) 合成物A1の代りに、KBE9007を5g用いた以外は、実施例12と同様にして合成物Z25を調製する。得られた合成物Z25について、実施例1と同様にして試験を行い、それらの結果を表11に示した。

【0053】

【表1】

実施例番号	1	2	3	4	5	6
合成物名	A1	A2	A3	A4	A5	A6
使用量 (g)	8	7	9	8	11	11
初期粘度 (mPa・s)	108,000	109,000	110,000	124,000	115,000	118,000
保存後粘度 (mPa・s)	118,000	119,000	115,000	132,000	121,000	124,000
初期物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.6	2.4	2.4	2.1	2.2	1.9
破断強度 (Kg/cm ²)	11.3	10.8	11.2	10.2	10.7	10.1
破断伸び (%)	860	770	880	780	870	790
水浸漬後物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.4	2.2	2.2	1.9	2.0	1.8
破断強度 (Kg/cm ²)	8.7	8.2	8.9	7.8	8.8	8.0
破断伸び (%)	880	750	870	710	910	770
加熱後物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.5	2.2	2.4	2.2	2.2	1.9
破断強度 (Kg/cm ²)	8.8	8.8	9.3	8.6	8.7	8.2
破断伸び (%)	780	670	790	640	810	720
硬化速度 (mm)	4.4	2.1	4.2	1.9	3.8	1.6

【表2】

比較例番号	1	2	3	4	5	6
合成物名	D1	D2	D3	D4	D5	D6
使用量 (g)	8	7	10	9	12	11
初期粘度 (mPa・s)	110,000	145,000	116,000	138,000	120,000	132,000
保存後粘度 (mPa・s)	124,000	151,000	123,000	146,000	128,000	141,000
初期物性						
M50 (Kg/cm ²)	4.2	3.8	3.9	3.7	3.8	3.5
破断強度 (Kg/cm ²)	9.8	10.1	9.5	9.9	9.7	9.4
破断伸び (%)	430	450	440	460	440	430
水浸漬後物性						
M50 (Kg/cm ²)	4.1	3.8	3.8	3.8	3.7	3.5
破断強度 (Kg/cm ²)	6.8	5.9	6.5	6.1	5.8	6.4
破断伸び (%)	410	410	420	420	390	380
加熱後物性						
M50 (Kg/cm ²)	9.3	8.8	9.2	8.7	8.8	8.6
破断強度 (Kg/cm ²)	15.1	13.2	14.8	13.8	11.4	12.1
破断伸び (%)	80	110	120	160	130	150
硬化速度 (mm)	4.5	2.3	4.2	1.9	3.7	1.5

【表3】

実施例番号	7	8	9	10	11
合成物名	A7	A8	A9	A10	A11
使用量 (g)	8	11	8	7	9
初期粘度 (mPa・s)	114.000	111.000	107.000	108.000	112.000
保存後粘度 (mPa・s)	112.000	121.000	118.000	118.000	115.000
初期物性					
M50 (Kg/cm ²)	2.3	2.2	2.5	2.4	2.8
破断強度 (Kg/cm ²)	10.2	10.6	10.9	10.8	11.2
破断伸び (%)	820	840	850	810	710
水浸漬後物性					
M50 (Kg/cm ²)	2.2	2.1	2.4	2.3	2.6
破断強度 (Kg/cm ²)	7.8	8.9	8.7	8.2	6.9
破断伸び (%)	790	890	870	760	630
加熱後物性					
M50 (Kg/cm ²)	2.2	2.2	2.5	2.3	3.1
破断強度 (Kg/cm ²)	8.6	9.2	8.4	8.7	7.9
破断伸び (%)	810	780	770	680	610
硬化速度 (mm)	3.9	3.8	2.8	2.1	1.4

【表4】

比較例番号	7	8	9	10	11
合成物名	D7	D8	D9	D10	D11
使用量 (g)	9	12	8	7	10
初期粘度 (mPa・s)	128.000	120.000	113.000	134.000	117.000
保存後粘度 (mPa・s)	136.000	127.000	125.000	141.000	123.000
初期物性					
M50 (Kg/cm ²)	3.7	3.8	4.2	4.1	4.8
破断強度 (Kg/cm ²)	9.8	9.6	9.6	9.7	13.2
破断伸び (%)	460	450	420	490	370
水浸漬後物性					
M50 (Kg/cm ²)	3.6	3.7	4.1	3.9	4.7
破断強度 (Kg/cm ²)	7.2	6.9	5.9	6.1	5.7
破断伸び (%)	480	410	390	430	420
加熱後物性					
M50 (Kg/cm ²)	8.7	8.8	9.2	8.8	10.1
破断強度 (Kg/cm ²)	13.8	12.4	13.8	12.9	15.8
破断伸び (%)	150	140	110	90	80
硬化速度 (mm)	3.8	3.7	2.7	2.2	1.5

【表5】

実施例番号	12	13	14	15	16	17
合成物名	A1	A2	A3	A4	A5	A6
使用量 (g)	8	7	9	8	11	11
初期粘度 (mPa・s)	106.000	102.000	112.000	123.000	115.000	115.000
保存後粘度 (mPa・s)	113.000	109.000	119.000	136.000	124.000	127.000
初期物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.5	2.4	2.4	2.1	2.2	1.9
破断強度 (Kg/cm ²)	10.8	11.1	10.9	10.4	10.6	10.8
破断伸び (%)	870	760	880	770	870	830
水浸漬後物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.4	2.3	2.3	2.1	2.1	1.9
破断強度 (Kg/cm ²)	9.1	8.8	8.5	8.1	8.7	8.3
破断伸び (%)	890	750	860	780	920	790
加熱後物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.5	2.2	2.4	2.2	2.2	1.9
破断強度 (Kg/cm ²)	8.6	8.9	9.7	8.7	8.9	8.6
破断伸び (%)	790	680	780	710	820	730
硬化速度 (mm)	4.2	2.1	4.1	1.9	3.9	1.7

【表6】

比較例番号	12	13	14	15	16	17
合成物名	D1	D2	D3	D4	D5	D6
使用量 (g)	8	7	10	9	12	11
初期粘度 (mPa・s)	111.000	135.000	116.000	128.000	122.000	122.000
保存後粘度 (mPa・s)	114.000	141.000	121.000	137.000	128.000	131.000
初期物性						
M50 (Kg/cm ²)	4.4	4.2	4.1	3.9	3.8	3.6
破断強度 (Kg/cm ²)	9.7	10.2	9.7	9.9	9.7	9.3
破断伸び (%)	420	450	450	480	440	490
水浸漬後物性						
M50 (Kg/cm ²)	4.5	3.8	3.8	3.8	3.7	3.5
破断強度 (Kg/cm ²)	6.9	6.5	6.6	6.3	5.8	6.1
破断伸び (%)	440	390	410	450	390	370
加熱後物性						
M50 (Kg/cm ²)	9.1	8.9	9.6	9.3	8.8	8.2
破断強度 (Kg/cm ²)	14.8	13.5	13.2	13.8	11.4	12.7
破断伸び (%)	100	90	110	120	130	150
硬化速度 (mm)	4.3	2.4	4.1	1.8	3.8	1.8

【表7】

21

22

実施例番号	18	19	20	21	22
合成物名	A7	A8	A9	A10	A11
使用量 (g)	8	11	8	7	9
初期粘度 (mPa・s)	104,000	109,000	110,000	111,000	115,000
保存後粘度 (mPa・s)	113,000	118,000	117,000	120,000	121,000
初期物性					
M50 (Kg/cm ²)	2.4	2.5	2.7	2.2	2.3
破断強度 (Kg/cm ²)	10.1	10.7	11.8	10.1	9.9
破断伸び (%)	880	840	740	810	830
水浸漬後物性					
M50 (Kg/cm ²)	2.5	2.3	2.6	2.2	2.2
破断強度 (Kg/cm ²)	7.8	8.6	7.3	7.6	9.1
破断伸び (%)	860	800	690	780	890
加熱後物性					
M50 (Kg/cm ²)	2.6	2.6	2.9	2.3	2.3
破断強度 (Kg/cm ²)	8.8	8.7	8.1	8.2	9.7
破断伸び (%)	740	690	620	770	790
硬化速度 (mm)	2.7	1.9	1.3	3.7	3.7

【表8】

20

比較例番号	18	19	20	21	22
合成物名	D7	D8	D9	D10	D11
使用量 (g)	9	12	8	7	10
初期粘度 (mPa・s)	112,000	114,000	127,000	118,000	120,000
保存後粘度 (mPa・s)	129,000	121,000	129,000	126,000	126,000
初期物性					
M50 (Kg/cm ²)	4.1	4.2	4.9	3.8	3.7
破断強度 (Kg/cm ²)	9.3	9.6	13.6	9.9	9.6
破断伸び (%)	410	430	380	450	440
水浸漬後物性					
M50 (Kg/cm ²)	4.2	4.1	4.8	3.7	3.7
破断強度 (Kg/cm ²)	6.7	6.3	6.1	6.7	7.1
破断伸び (%)	380	450	400	430	390
加熱後物性					
M50 (Kg/cm ²)	8.9	8.7	9.7	8.9	8.7
破断強度 (Kg/cm ²)	12.7	12.5	14.7	13.5	11.7
破断伸び (%)	120	100	90	140	130
硬化速度 (mm)	2.6	2.1	1.4	3.8	3.6

【表9】

40

実施例又は比較例 番 号	実 施 例 23	比 較 例 23
合 成 物 名	A1	D1
使用量 (g)	8	8
初期粘度 (mPa・s)	104.000	113.000
保存後粘度 (mPa・s)	107.000	117.000
初期物性		
M50 (Kg/cm ²)	2.5	3.9
破断強度 (Kg/cm ²)	11.2	10.8
破断伸び (%)	870	430
水浸漬後物性		
M50 (Kg/cm ²)	2.4	3.8
破断強度 (Kg/cm ²)	7.4	5.8
破断伸び (%)	860	390
加熱後物性		
M50 (Kg/cm ²)	2.5	8.7
破断強度 (Kg/cm ²)	9.8	11.4
破断伸び (%)	790	120
硬化速度 (mm)	4.3	3.9

【表10】

実 施 例 番 号	24	25	26	27	28	29
合 成 物 名	C1	C2	C3	C4	C5	C6
使用量 (g)	13	14	16	11	13	15
初期粘度 (mPa・s)	107.000	108.000	110.000	106.000	109.000	107.000
保存後粘度 (mPa・s)	114.000	113.000	122.000	112.000	111.000	114.000
初期物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.5	2.3	2.1	2.4	2.3	2.2
破断強度 (Kg/cm ²)	11.4	10.5	9.8	10.8	11.1	9.4
破断伸び (%)	870	840	810	860	880	820
水浸漬後物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.4	2.1	2.0	2.3	2.2	2.1
破断強度 (Kg/cm ²)	8.4	8.4	8.1	8.3	8.1	7.8
破断伸び (%)	850	870	890	840	830	780
加熱後物性						
M50 (Kg/cm ²)	2.5	2.2	2.2	2.4	2.2	2.3
破断強度 (Kg/cm ²)	8.5	9.1	7.5	8.6	8.8	7.2
破断伸び (%)	740	770	830	820	800	760
硬化速度 (mm)	4.3	4.2	3.9	4.4	4.3	4.0

【表11】

比較例番号	24	25
KBE9007		
使用量 (g)	5	5
初期粘度 (mPa・s)	106.000	107.000
保存後粘度 (mPa・s)	113.000	112.000
初期物性		
M50 (Kg/cm ²)	4.1	3.9
破断強度 (Kg/cm ²)	9.8	10.5
破断伸び (%)	420	440
水浸漬後物性		
M50 (Kg/cm ²)	4.0	3.8
破断強度 (Kg/cm ²)	6.8	6.1
破断伸び (%)	390	400
加熱後物性		
M50 (Kg/cm ²)	9.2	8.9
破断強度 (Kg/cm ²)	13.1	12.7
破断伸び (%)	110	130
硬化速度 (mm)	1.9	1.7

* 各表の結果から、本発明に係る合成物は、それに対応する比較例に係る合成物に比べて粘度が低く、又1ヶ月保存後の粘度も殆ど変化しないことが判る。更に、本発明に係る合成物は、M50については、それに対応する比較例に係る合成物のものが加熱後に大幅に高くなるのに対して、加熱後においても変化しなく、又、破断伸びについては、それに対応する比較例に係る合成物のものが加熱後に大幅に低下するのに対して、加熱後においても低下の度合いが少ないことが明らかである。

10 【0054】

【発明の効果】本発明のシーリング材は、貯蔵安定性に優れており、粘度が低くかつ長期間の水浸漬後や加熱後においても破断伸びが大きくて柔軟性に富んでいる。

*

フロントページの続き

Fターム(参考) 4H017 AA04 AB01 AB04 AB05 AB08
AB14 AC05 AD05 AE03
4J034 AA01 BA02 CA01 CB02 CC01
CD06 CD08 CD15 CD16 HC01
HC11 JA41 RA08